

The Structure of Complex Forming Metal Ions in Extremely Alkaline Solutions

Összefoglalás

A projekt végrehajtása során megvizsgáltuk különböző fémionok, így a Fe(II), Ga(III), Sn(II), Pb(II), Cr(III) és Ca(II) ionok viselkedését vizes oldatokban, hiperalkalikus körülmények között, egy- és kétfajta komplexképző fémiont tartalmazó oldatokban illetve különböző komplexképző ligandumok jelenlétében. A kísérletek során mind az oldatfázisban létrejövő komplex részecskék szerkezetét és egyensúlyait, mind az oldatokból kiváló szilárd anyagok szerkezetét és reakcióképességét is vizsgáltuk. A tanulmányozott fémionokkal kapcsolatban lényeges új és (a Fe(II)-tartalmú rendszereket kivéve) publikálásra alkalmas megállapításokat kaptunk. Ezekből 17 angol nyelvű publikáció, 1 könyvfejezet és 18 konferencia közlemény született. (Megjegyzem, hogy a Ca(II) hidrolízise és a Cr(III) spontán oxidációja terén elért eredményeink, úgy tűnik, túlságosan meglepőek; ennek tudjuk be a közlésünkkel ez idáig eredménytelenül eltöltött igen hosszú időt.) A megjelent vagy közlésre elfogadott publikációk összesített hatása 42,96. A projekthez köthető további jelentős eredmény az a támogatás, amit a futamidő alatt a Kutatócsoportunkban megszületett 5 PhD értekezés kivitelezéséhez nyújtott (ezek közül 3 megvédett, 2 benyújtott állapotú). A Kutatócsoportban megszerzett MSc diplomamunkák és BSc szakdolgozatok is nagy számban a projekt támogatásával jöttek létre. A projekt 50 körüli konferencia részvétel (mind külföldi, mind hazai) részleges vagy teljes költségét biztosította.

A továbbiakban a pályázatban leírt egyes rendszerekkel elért eredményink rövid összefoglalását adjuk meg.

Fe(II)-tartalmú rendszerek

A Fe(II) lúgos oldatokban a várakozásnál sokkal jobban oxigénérzékenynek bizonyult, és még az oxigén legkörültekintőbb kizárása mellett is komoly reprodukálhatósági gondokkal találtuk magunkat szembe. A Fe(II) kicsiny oldhatósága miatt Raman spektroszkópiái és oldatröntgen diffraktometriás mérések ezen a rendszeren nem voltak lehetségesek. Jó hír viszont, hogy a kis oldhatóság miatt szilárd komplexek viszonylag könnyen nyerhetők ezekből a rendszerekből, bár ezek is rendkívül oxigénérzékenyeknek bizonyultak. A rendszer tanulmányozására leghasznosabbnak az ^{57}Fe Mössbauer spektroszkópia bizonyult. Minden esetben gyorsfagyasztott oldatok spektrumának felvételére került sor. A vizsgált minták két részre oszthatóak: forrón Fe(II)-vel telített, majd lehűlt, a szilárd fázissal egyensúlyban levő ill. frissen készített, magas hőmérsékletéről közvetlenül gyorsfagyasztott tömény nátrium-hidroxid oldatok. Egy alkalommal ^{57}Fe -al történő dúsításra is sor került a kicsiny koncentrációk miatt, ez azonban rendkívül költségigényes. A Mössbauer paraméterek alapján erősen valószínűsíthető, hogy még ilyen extrém lúgos körülmények között is csak a semleges $[\text{Fe}(\text{OH})_2]^0$ komplex képződik, amelynek szerkezete oktaéderesre egészül ki 4 vízmolekulával. A két hidroxid ion egymáshoz képest transz helyzetben helyezkedik el.

A Fe(II) tartalmú erősen lúgos ($[\text{OH}^-]_{\text{T}} > 10 \text{ M}$) oldatok UV-Vis spektrofotometriás mérései meglehetősen információszegények; feltehető, hogy az oldatokban képződő egyetlen Fe(II)-

tartalmú részecske oldatbeli szerkezetét „átmenti” az oldatokból kiváló szilárd hidroxokomplex sóba. Ez jelentősen eltér az analóg Fe(III) tartalmú rendszerek viselkedésétől. A szilárd só Raman-spektruma és XRD adatai alapján új, eddig le nem írt mikrokristályos vegyületet sikerült előállítanunk. Ebben ^{57}Fe Mössbauer mérések alapján a Fe(II) ionok nagyszámú, torzult oktaéderes környezetben helyezkednek el. Ezt a következtetésünket megerősítik az EXAFS mérések eredményei is. Meglepő, de az EXAFS és Mössbauer mérések alapján egyértelmű, hogy a só lassú oxidációja magnetit, gyors oxidációja amorf FeOOH képződéséhez vezet. A preparálásnál alkalmazott anion (Cl^- vagy ClO_4^-) és kation (Na^+ , K^+ és Cs^+) nem befolyásolják a kiváló komplex szerkezetét, de (szintén meglepő módon) a szilárd minta oxigénérzékenysége jelentősen változik a háttérelektrolit kationjával (Na^+ , K^+ , Cs^+ irányban nő). A só legnagyobb valószínűséggel $\text{Fe}(\text{OH})_4(\text{H}_2\text{O})_2^{2-}$ egységek alkotják.

Sikeresen előállítottunk olyan Fe(III)-tartalmú, tömény lúgos oldatokból kiváló egykristályokat (legnagyobb valószínűséggel $\text{Na}_3[\text{Fe}(\text{OH})_6]\cdot\text{XH}_2\text{O}$ összetétellel), amelyek alkalmasnak tűntek egykristályröntgen diffrakció mérésekre; a méréseket az USA-ban, a Missouri State University munkatársai kísérelték meg. A kapott kristályok közül eleddig csupa ikerkristály mérésére került sor, így a szerkezetmeghatározás egyelőre nem sikerült.

A vastartalmú rendszerekkel kapcsolatban

A mérési eredmények információszegénysége és a szinte minden alkalmazott módszer esetében tapasztalható reprodukálhatósági gondok miatt a projekt e részéből két konferencia közlemény [12,22] és egy szinkrotron kutatási beszámoló [10] született.

Ga(III) tartalmú rendszerek

A Ga(III)-hidroxokomplexek oldatröntgen diffraktometriás méréseit részletes kvantumkémiai számításokkal egészítettük ki. A számítások alapján meghatároztuk a különböző komplex részecskék IR, Raman és NMR paramétereit és azokat összehasonlítottuk a kísérleti úton kapott adatokkal. Ezek alapján az oldatok részletes szerkezeti leírása, valamint azok összehasonlítása analóg Al(III)-tartalmú oldatokkal való összehasonlítása is lehetővé vált. A kapott eredményekhez kapcsolódóan egy az értékelések során hasznosnak bizonyuló publikáció a projekt korábbi szakaszában már megjelent [10], az eredményeket részletesen egy konferencia cikkben [7] és a *PhysChemChemPhys* folyóiratban [34] publikáltuk.

Sn(II) tartalmú rendszerek

H_2/Pt elektróddal végzett potenciometriás mérésekkel megállapítottuk, hogy az extrém lúgos körülmények között képződő egyfajta komplex részecskében az Sn(II) : OH^- arány 1 : 3 még 4 M nátrium-hidroxid jelenlétében is, vagyis a többiek által feltételezett $[\text{Sn}(\text{OH})_4]^{2-}$ részecske létezése eleve kizárható.

A 2012. végén végzett röntgensugár abszorpciós mérések elvégzésére került sor változó nátrium-hidroxid (0,1 M – 12 M) és változó Sn(II) koncentráció (0,05 M – 0,2 M) mellett. A vizsgálat eredményeképpen elmondható, hogy a vizsgált koncentráció tartományon egyetlen, egymagvú komplex részecske van jelen a rendszerben, szokatlanul rövid Sn(II) – O kötéstávolsággal (2,078 Å). Ez akár az Sn(II) kettes koordinációjára is utalhat, az $[\text{Sn}(\text{OH})_3]^-$

dehidratálódásával képződő $[\text{SnO}(\text{OH})]^-$ jelenlétére, ez azonban nem dönthető el egyértelműen a röntgen abszorpciós spektrumok finomszerkezete alapján.

Raman-spektroszkópiai méréseket végeztünk a röntgen abszorpcióval is lefedett koncentráció tartományon. A spektrumokon ebben az esetben sem tapasztaltunk változást, ami megerősíti, hogy csak egy féle részecske van jelen a rendszerben. A spektrumok értelmezéséhez kvantum-kémiai számításokat is végeztünk, és a szóba jöhető részecskék közül az $[\text{Sn}(\text{OH})_3]^-$ esetében a kísérleti és számított paraméterek szinte tökéletes egyezést mutattak.

A Sn(II) ionok lokális szerkezetét ^{119}Sn Mössbauer-spektroszkópiával is vizsgáltuk. A mérések egy része gyorsfagyasztott oldatokon történt, illetve megkíséreltük a kapilláris Mössbauer spektroszkópia (ún. szomjasüveg) alkalmazását, hogy közvetlenül az oldat fázisbeli állapotot tudjuk vizsgálni. A gyorsfagyasztott oldatok spektrumai alapján megállapíthattuk, hogy a mintáink legfeljebb néhány százalék Sn(IV)-et tartalmaznak szennyezőként, ez azonban nem befolyásolja a méréseinket. Ebben az esetben is ugyan olyan spektrumokat kaptunk, ami további bizonyítékkal szolgál, hogy egyetlen féle részecskével van dolgunk. A vizsgált komplex Mössbauer paraméterei a szilárd $\text{Sn}(\text{OH})_2$ -éhez állnak a legközelebb, az szintén az $[\text{Sn}(\text{OH})_3]^-$ részecske irányába mutat. A kapilláris Mössbauer vizsgálatok nem vezettek eredményre, mert vagy nem, vagy csak az Sn(IV) jelet láttunk a spektrumokon. Ebből arra következtethetünk, hogy az Sn(II) komplex részecskénk átmérője túl nagy ahhoz, hogy beférjen a szomjasüveg kapillárisaiba. Lúgos, illetve erősen lúgos közegben pedig egyáltalán nem alkalmazható a módszer, mivel a speciális üveg lúgban néhány nap alatt feloldódik.

Az eredményeket két konferencián is [19, 20] bemutattuk, konferenciaközlemények formájában. A részleteket a *Dalton Transactions* és a *J Radioanal Nucl Chem* folyóiratokban tettük közzé [28,30].

Pb(II) tartalmú rendszerek

Oldhatósági előkísérleteket folytattunk 0,5 M – 19 M nátrium-hidroxid és 0,025 M – 0,35 M Pb(II) koncentráció tartományon. Kis lúg felesleg esetén sárga, massicot módosulatú PbO válik le, míg nagyon nagy lúg felesleg esetében a vörös, litargit módosulat. Közepes lúgfelesleg esetén (20 – 120-szoros) azonban stabil oldat készíthető, így ezeket az oldatösszetételeket tudtuk alkalmazni a további kísérletekben.

Vizsgáltuk, hogy az oxigén milyen hatással van az Pb(II) ionokra lúgos közegben. A Raman-spektroszkópiás mérések során megállapíthattuk, hogy az Pb(II) lúgos közegben is stabil, nem oxidálódik Pb(IV)-é. Sokkal nagyobb problémát jelent a levegő CO_2 tartalma, így az inert körülmények között való munka ebben az esetben is szükséges. A Raman mérések alapján az is megállapítható, hogy a spektrumok struktúrájukban megegyeznek az Sn(II) esetében kapott spektrumokéval, így feltételezhető, hogy a képződő komplex szerkezete is analóg a két rendszerben.

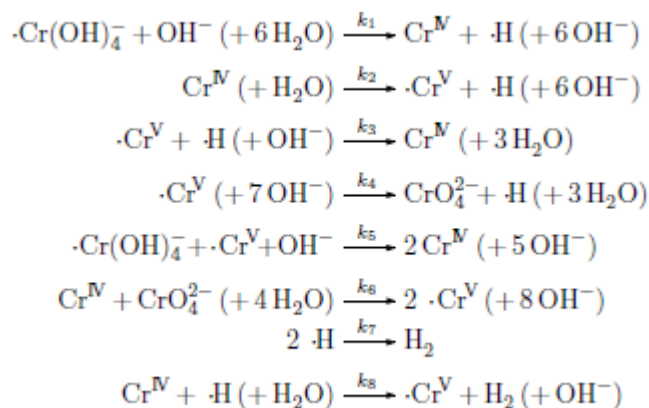
Ugyanezt az eredményt adták a röntgen abszorpciós spektroszkópiai vizsgálatok is. Ebben az esetben is egy szokatlanul rövid Pb(II) – O kötéstávolságot kaptunk, amely mind kettes, mind hármas koordináció feltételezésével tökéletesen leírható, így a röntgen abszorpciós finomszerkezet elemzése ebben az esetben sem jelent egyértelmű bizonyítékot.

Végeredményben azt kaptuk, hogy 0,2 M ólom(II)-t és 4 – 16 M nátrium-hidroxidot tartalmazó oldatokban a torzult trigonális piramisos geometriájú $[\text{Pb}(\text{OH})_3]^-$ a domináns részecske, amelyben az Pb – O távolság 2,216 Å, a hozzá tartozó Debye-Waller faktor értéke pedig $0,0330 \text{ Å}^2$. A hidroxó komplex szerkezetének meghatározása Raman spektroszkópiával történt, amelyet kvantumkémiai számításokkal egészítettünk ki. A mért és számított Raman csúcsok az ón(II)-höz hasonlóan, egyedül a $[\text{Pb}(\text{OH})_3]^-$ komplex esetében mutattak jó egyezést. A mért Raman spektrumok a növekvő ólom(II) koncentrációval követték a Lambert-Beer törvényt, amely szintén azt erősítette meg, hogy egyetlen komplex van jelen kimutatható mennyiségben ilyen erősen lúgos körülmények között. A trigonális piramisos szerkezetet a röntgen-sugár abszorpciós spektroszkópiás mérések is alátámasztották. Az ólom L_3 -élén végzett mérések megerősítették az ólom(II) körüli hármas koordinációs számot, továbbá 2,216 Å-ös átlagos Pb – O távolság volt meghatározható egy $0,0330 \text{ Å}^2$ -es Debye-Waller faktoral.

Az eredmények részleteit a *Dalton Transactions* –ban megjelent publikációban tettük közzé [29].

Cr(III) tartalmú rendszerek

Megállapítottuk, hogy erősen lúgos közegben a króm(III) spontán oxidációs reakcióba lép a vízzel/hidroxiddal, még oxigén mentes körülmények között is. A reakció nagyon lassan, de sztöchiometrikusan megy végbe. Az általunk javasolt mechanizmus – melynek kezdőlépése a $[\text{Cr}(\text{OH})_4]^-$ és a hidroxid ion közötti reakció $(3,0 \pm 0,2) \cdot 10^{-8} \text{ M}^{-1}\text{s}^{-1}$ sebességi együtthatóval – a következő:



Oxigénmentesített oldatokat készítettünk változó kiindulási króm(III) (0,3 – 43 mM) és hidroxid (3 – 12 M) koncentrációval, és ezek UV-látható spektrumát rögzítettük több mint egy éven át. Az ionerősség és az oxigén hatását is vizsgáltuk. A spektrumokon mátrix rang analízist hajtottunk végre, amely arra az eredményre vezetett, hogy négy eltérő színes részecske szükséges az összes kísérletileg mért abszorbancia megmagyarázásához. A nemlineáris paraméterbecslési eljárással végrehajtott modell illesztés során így a $[\text{Cr}(\text{OH})_4]^-$ -t, a CrO_4^{2-} -ot, valamint egy króm(IV)- és egy króm(V) tartalmú köztiterméket vettünk figyelembe. A kinetikai görbék három szakaszra oszthatóak. Az első két szakasz eltérő meredekségű formális nulladrendű kinetikával jellemezhető, míg a harmadik egy egyszerű exponenciálissal leírható. A NaOH koncentráció függvényében a reakciósebesség egy maximumon halad keresztül (6 – 8 M), amelyet kvalitatívan megmagyarázhatunk,

amennyiben a sebességhatározó lépés egy másodrendű reakció a hidroxidion és a $[\text{Cr}(\text{OH})_4]^-$ között. Az aktuális reakciósebességi együtthatót kiszámíthatjuk, ha az ionerősség változás hatását a Davies korrekciót is tartalmazó kiterjesztett Debye-Hückel elmélettel, míg a viszkozitás változásának hatását a Stokes-Einstein egyenlettel vesszük figyelembe.

A frissen készített, 8 M NaOH-t is tartalmazó króm(III)-oldatokban csak $[\text{Cr}(\text{OH})_4]^-$ képződik, ellentétben az irodalmi adatokkal, amelyek oligo- és polimerek létezését javasolják. Az oldatok öregítése során (~ 1,5 év) sem tapasztaltunk oligomerizációt.

8 M NaOH-t is tartalmazó $\text{Cr}(\text{ClO}_4)_3$ oldatok UV-látható spektrumát rögzítettük közvetlenül az oldatok összeöntése után. A független színes részecskék számának meghatározása mátrix rang analízissel történt, amely egyet adott eredményül. Nemlineáris paraméterbecslési eljárások segítségével is megkíséreltünk $[\text{Cr}(\text{OH})_4]^-$ -től eltérő összetételű részecskéket figyelembe venni, de az illesztés mértéke egyik esetben sem volt tovább javítható. Mindezek egyértelműen azt mutatják, hogy csak a $[\text{Cr}(\text{OH})_4]^-$ van jelen kimutatható mennyiségben az oldatokban.

Eltérő ideig öregített (max. 1 hónap), de azonos összetételű (0,5 M Cr(III) és 8 M NaOH) oldatmintákon végeztünk röntgen-sugár abszorpciós méréseket. Az összes felvett spektrum megegyezett a kísérleti hibahatáron belül, függetlenül az öregítés idejétől, vagy attól, hogy a minta tartalmazott-e csapadékot. A spektrumok megilleszthetők voltak oligomer részecskék figyelembe vétele nélkül is, ami szintén azt jelzi, hogy a $[\text{Cr}(\text{OH})_4]^-$ az egyetlen domináns részecske az oldatfázisban.

A kapott eredményekről korábban egy konferenciaközlemény [21] és egy szinkrotron kutatási beszámoló [31] született. Az eredményekből írott publikációt az *Inorg. Chem.* című folyóiratba nyújtottuk be, jelenleg áll elbírálás alatt. Az eredmények a Gordon konferencián is bemutatásra kerülnek két poszter formájában (a konferencia jelen zárójelentés megírásakor folyik.)

Ca(II) tartalmú oldatok

A kalcium lúgos oldatokban, széles hőmérséklettartományban mutatott oldhatóságát és a képződő vízdoldható komplex(ek) képződési állandóját a projekt korábbi szakaszában tanulmányoztuk. A méréseket kiterjesztettük egy szélesebb hőmérsékleti tartományra (5 - 75 °C). Ca-K-edge EXAFS és ^{43}Ca -NMR spektroszkópiai vizsgálatokkal bizonyítottuk, hogy a vízdoldható Ca-hidroxo komplex(ek) vannak jelen az oldatban. Részletes számítógépes szimulációk arra a következtetésre vezettek, hogy megfelelően nagy lúgkoncentrációnál a domináns vízdoldható komplex a $\text{Ca}(\text{OH})_2(\text{aq})$. Ezt az igencsak meglepő eredményt több független kísérleti módszerrel is bizonyítottuk.

Az eredményekről konferenciaközlemények [1, 5, 18] és egy folyóiratcikk [9] jelent meg.

Két hidrolizáló fémiont tartalmazó rendszerek

A két hidrolizáló fémiont tartalmazó rendszerekből kiváló réteges kettős hidroxidok előállítására és jellemzése terén számos eredményt értünk el. Szisztematikus mérésorozatot végeztünk a Ca(II)/Al(III) tartalmú (hidrokalumit típusú) ill. Ca(II)/Fe(III) tartalmú LDH-k képződési mechanizmusának felderítésére, sikeres kísérletek történtek különböző kalcinált réteges kettős hidroxidok interkalálására, rekonstrukciójára és katalitikus alkalmazására. Az

elért eredményekből számos konferenciacikk [4,8,13,16,17,25], három publikáció [6,14,36] és egy könyvfejezet [15] született.

Amint azt a projekt munkatervében leírtuk, a projekt utolsó moduljában kísérleteket végeztünk a két hidrolizáló fémiont tartalmazó erősen lúgos oldatokból szerves komplexképzők jelenlétében kiváló szilárd komplexek illetve kompozitok jellemzésére valamint az ilyen típusú oldatokban fennálló egyensúlyok kvantitatív leírására is. Ezek a kutatások kapcsolódtak mind a Ca(II) hidrolitikus tulajdonságainak mind a Ca(II)-tartalmú réteges kettős hidroxidok képződésének és átalakulásainak vizsgálatához. A Ca(II)-hoz kapcsolódó eredményekből konferencia kiadvány [3] és több publikáció [3, 23, 24, 33] született. Az ebbe a tárgykörbe tartozó kompozitok tulajdonságainak, szerkezetének és katalitikus aktivitásának leírására szintén születtek publikációk [27, 32, 35, 37].

Publikációs lista

1.	A. Gácsi, A. Pallagi, Á. Tasi, G. Peintler, I. Pálincó, P. Sipos: <i>A Ca(OH)₂ oldhatósága lúgos és extrém lúgos közegben 25 és 50 oC-on</i> , Kémiai Előadói Napok, Program és előadásösszefoglalók, 121-123, 2011	Konferencia közlemény	-
2.	A. Pallagi, Cs. Dudás, Z. Csendes, P. Forgó, I. Pálincó, p. Sipos: <i>Structure and equilibria of Ca(II) complexes of glucose and sorbitol from multinuclear NMR measurements supplemented with molecular modelling calculations</i> , Journal of Molecular Structure, 993, 336-340., 2011	folyóiratcikk	1.634
3.	A. Pallagi, Z. Csendes, P. Forgó, P. Sipos, I. Pálincó: <i>Structural features of Ca(II)-sugar complexes forming in aqueous solutions studied by NMR spectroscopy and computation</i> , , New Trends in Coordination, Bioinorganic and Applied Inorganic Chemistry (ed's M. Melnik, P. Seg'la, M. Tatarko) 442-451, 2011	Konferencia közlemény	-
4.	D. Srankó, M. Sipiczki, Á. Kukovecz, Z. Kónya, P. Sipos, I. Pálincó: <i>Double hydroxides containing alkaline earth and iron(III) ions - synthesis and characterization</i> , New Trends in Coordination, Bioinorganic and Applied Inorganic Chemistry (ed's M. Melnik, P. Seg'la, M. Tatarko) 504-509., 2011	Konferencia közlemény	-
5.	É. G. Bajnóczi, I. Pálincó, S. Canton, P. Sipos: <i>A Ca²⁺ lokális szerkezete vizes oldatokban röntgensugár abszorpciós spektrumuk alapján - az EXAFS és a XANES tartomány összehasonlító értékelése</i> , Kémiai Előadói Napok, Program és előadásösszefoglalók, 126-129., 2011	Konferencia közlemény	-
6.	M. Sipiczki, D. Srankó, Á. Kukovecz, Z. Kónya, P. Sipos, I. Pálincó: <i>Synthesis and characterization of alkaline earth-iron(III) double hydroxides</i> , Chem. Pap. 65, 840-846., 2011	folyóiratcikk	0.754
7.	P. Sipos, T. Megyes, I. Pálincó: <i>The structure of gallium in strongly alkaline solutions from X-ray diffraction measurements</i> , New Trends in Coordination, Bioinorganic and Applied Inorganic Chemistry (ed's M. Melnik, P. Seg'la, M. Tatarko) 504-509., 2011	Konferencia közlemény	-
8.	V. Bugris, H. Haspel, Á. Kukovecz, Z. Kónya, P. Sipos, I. Pálincó: <i>Egy dielektromos relaxációs mérőrendszer összeállítása és alkalmazása réteges kettős hidroxidok rehidratációs folyamatainak tanulmányozására</i> , Kémiai Előadói Napok, Program és előadásösszefoglalók, 201-205., 2011	Konferencia közlemény	-
9.	A. Pallagi, Á. Tasi, A. Gácsi, M. Csáti, I. Pálincó, G. Peintler, P. Sipos: <i>The solubility of Ca(OH)₂ in extremely concentrated NaOH solutions at 25oC</i> , Centr. Eur. J. Chem. 10, 332-337., 2012	folyóiratcikk	0.991
10.	Bajnóczi ÉG, Molnár GB, Peintler G, Canton S, Carlson S, Palinko I, Sipos P: <i>Structural features of Fe(II) hydroxo complexes in extremely concentrated alkaline solutions - an EXAFS/XANES study</i> , In: Johansson U, Nyberg A, Nyholm R (szerk.) MAX-LAB Activity Report 2011 Lund: Lund University, 2012. pp. 1811-1-2., 2012	szerkesztett mű	-
11.	Bakó I, Grósz T, Bálint Sz, Pálincás G: <i>The uncertainty in neutron diffraction results caused by solving linear equation systems of linear equations to compute the partial structural features</i> , ZEITSCHRIFT FÜR NATURFORSCHUNG SECTION B-A JOURNAL OF CHEMICAL SCIENCES, 1-6, 2012	folyóiratcikk	0.864
12.	É. G. Bajnóczi, G. B. Molnár, G. Peintler, S. E. Canton, S. Carlson, I. Pálincó, P. Sipos: <i>Structural features of Fe(II) hydroxo complexes in extremely concentrated NaOH solutions</i> , Book of Abstracts, EUCMOS 2012, p. 335, 2012	absztrakt	-
13.	M. Sipiczki, Á. Kukovecz, Z. Kónya, P. Sipos, I. Pálincó: <i>Indole-2-carboxylate adn dihydroindole-2-carboxylate CaFe layered double hydroxyde nanocompsites - synthesis, characterization and the effect of synthesis variables</i> , Proc. ECCM15 - 15th European Conference on Composite materials, Venice, Italy, 24-30., 2012	Konferencia közlemény	-
14.	M. Sipiczki, D. F. Srankó, Gy. Szöllősi, Á. Kukovecz, Z. Kónya, P. Sipos, I. Pálincó: <i>Preparation, characterization and some reactions of organocatalysts immobilised between the layers of a CaFe layered double hydroxide</i> , Topics in Catalysis 55, 858-864., 2012	folyóiratcikk	2.359
15.	M. Sipiczki, P. Sipos, I. Pálincó: <i>Synthesis, characterization and applications of genuine layered double hydroxide thin films</i> , Hydroxides: synthesis, types and application (Carillo, A. C., Griego, D. A., eds.), Nova Science Publications Chapter 4877, 2012	könyvfejezet	-

16.	V. Bugris, M. Sipiczki, R. Puskás, A. Kukovecz, Z. Kónya, P. Sipos, I. Pálínkó: Polyacrylate - CaFe layered double hydroxyde nanocomposites - structural characterization by dielectric relaxation spectroscopy , Proc. ECCM15 - 15th European Conference on Composite materials, Venice, Italy, 225-231., 2012	Konferencia közlemény	-
17.	A. Gács, A. Cseh, A. Pallagi, G. Peintler, I. Pálínkó, P. Sipos: Kalcium- és alumínáttartalmú lúgos rendszerekben kialakuló szilárd fázisok jellemzése , XXXVI. Kémiai Előadói Napok, Szeged: JATEPress - Szegedi Egyetemi Kiadó, 2013. pp. 101-103., 2013	Konferencia közlemény	-
18.	A. Gács, A. Pallagi, É. Bajnóczi, I. Pálínkó, G. Peintler, S. E. Canton, P. Sipos: The temperature dependence of Ca(II) solubility in strongly alkaline aqueous solutions , Recent Developments in Coordination, Bioinorganic and Applied Inorganic Chemistry (eds: M. Melnik, P. Segla, M. Tatarko), p. 58-62., 2013	konferenciakik	-
19.	E. Czeglédi, É. G. Bajnóczi, G. Peintler, O. Berkesi, E. Kuzmann, I. Pálínkó, P. Sipos: Ón(II)-hidroxó komplexek tömény lúgos vizes oldatokban , XXXVI. Kémiai Előadói Napok, Szeged: JATEPress - Szegedi Egyetemi Kiadó, 2013. pp. 227-230., 2013, 2013	Konferencia közlemény	-
20.	E. Czeglédi, É. G. Bajnóczi, O. Gyulai, I. Pálínkó, G. Peintler, O. Berkesi, E. Kuzmann, Z. Homonnay, P. Sipos: The structure of Sn(II) in strongly alkaline aqueous solutions , Recent Developments in Coordination, Bioinorganic and Applied Inorganic Chemistry (eds: M. Melnik, P. Segla, M. Tatarko), p. 14-19., 2013	konferenciakik	-
21.	É. G. Bajnóczi, G. Peintler, P. Sipos, I. Pálínkó: Mennyire stabil a Cr(III) lúgos közegben? , XXXVI. Kémiai Előadói Napok, Szeged: JATEPress - Szegedi Egyetemi Kiadó, 2013. pp. 371-373, 2013, 2013	Konferencia közlemény	-
22.	É. G. Bajnóczi, I. Pálínkó, G. Peintler, E. Kuzmann, Z. Homonnay, P. Sipos: Fe(II)-hydroxo complexes forming in hyperalkaline aqueous solutions , Recent Developments in Coordination, Bioinorganic and Applied Inorganic Chemistry (eds: M. Melnik, P. Segla, M. Tatarko), p. 12-19., 2013	konferenciakik	-
23.	Pallagi A, Csentes Z, Kutus B, Czeglédi E, Peintler G, Forgó P, Pálínkó I, Sipos P: Multinuclear complex formation in aqueous solution of Ca(II) and heptagluconate ions , DALTON T 42: (23) 8460-8467, 2013 *	folyóiratcik	3.806
24.	Pallagi A, Tasi ÁG, Peintler G, Forgó P, Pálínkó I, Sipos P: The complex forming between the Al(III) and gluconate in alkaline solutions , DALTON T 42: (37) 13470-13476, 2013 *	folyóiratcik	3.806
25.	V. Tóth, M. Sipiczki, A. Pallagi, Á. Kukovecz, Z. Kónya, P. Sipos, I. Pálínkó: Synthesis and properties of CaAl-layered double hydroxide of the hydrocalumite type , Recent Developments in Coordination, Bioinorganic and Applied Inorganic Chemistry (eds: M. Melnik, P. Segla, M. Tatarko), p. 348-355., 2013	konferenciakik	-
26.	V. Tóth, M. Sipiczki, V. Bugris, Á. Kukovecz, Z. Kónya, L. Nagy, P. Sipos, I. Pálínkó: Carbon nanotube-layered double hydroxyde nanocomposites , Recent Developments in Coordination, Bioinorganic and Applied Inorganic Chemistry (eds: M. Melnik, P. Segla, M. Tatarko), p. 6-13., 2013	konferenciakik	-
27.	Z. Csentes, Cs. Dudás, G. Varga, É. G. Bajnóczi, S. E. Canton, P. Sipos, I. Pálínkó: Superoxide dismutase inspired Fe(III)-amino acid complexes covalently grafted onto chloropropylated silica gel - Syntheses, structural characterisation and catalytic activity , JOURNAL OF MOLECULAR STRUCTURE (ISSN: 0022-2860) 1044: pp. 39-45., 2013	folyóiratcik	1.599
28.	Bajnóczi ÉG, Czeglédi E, Kuzmann E, Homonnay Z, Bálint Sz, Dombi G, Forgó P, Berkesi O, Pálínkó I, Peintler G, Sipos P, Persson I: Speciation and structure of tin(II) in hyper-alkaline aqueous solution , DALTON T 43: (48) 17971-17979, 2014 *	folyóiratcik	4.097
29.	Bajnóczi ÉG, Pálínkó I, Kortvelyesi T, Bálint Sz, Bakó I, Sipos P, Persson I: The structure of Pb(II) ion in hyper-alkaline aqueous solution , DALTON T 43: (46) 17539-17543, 2014 *	folyóiratcik	4.097
30.	É. G. Bajnóczi, B. Bohner, E. Czeglédi, E. Kuzmann, Z. Homonnay, A. Lenygel, I. Pálínkó, P. Sipos: On the lack of capillary Mössbauer spectroscopic effect for SnII-containing aqueous solutions trapped in corning Vycor 'thirsty' glass , JOURNAL OF RADIOANALYTICAL	folyóiratcik	1.415

	AND NUCLEAR CHEMISTRY (ISSN: 0236-5731) 302: (1) pp. 695-700., 2014		
31.	É. G. Bajnóczi, G. Peintler, S. Carlson, I. Pálkó, P. Sipos: Local structure of Cr(III) in strongly alkaline aqueous solutions studied with XAS and UV-Visible spectroscopy , Max-Lab Activity Report 2013. Lund: Lund University, 2014. pp. I811_1-I811_2., 2014	szerkesztett mű	-
32.	G. Varga, Z. Tímár, Z. Csentes, É. G. Bajnóczi, S. carlson, S. E. Canton, L. Bagi, P. Sipos, I. Pálkó: Building, characterising and catalytic activity testing of Co-C-protected amino acid complexes covalently grafted onto chloropropylated silica gel , JOURNAL OF MOLECULAR STRUCTURE (ISSN: 0022-2860), közlésre elfogadva, 2014	folyóiratcikk	1.599
33.	Pallagi A, Bajnóczi ÉG, Canton SE, Bolin TB, Peintler G, Kutus B, Kele Z, Palinko I, Sipos P: Multinuclear complex formation between Ca(II) and gluconate ions in hyperalkaline solutions , ENVIRON SCI TECHNOL 48: (12) 6604-6611, 2014 *	folyóiratcikk	5.481
34.	Radnai T, Bálint Sz, Bakó I, Megyes T, Grósz T, Pallagi A, Peintler G, Palinko I, Sipos P: The structure of hyperalkaline aqueous solutions containing high concentrations of gallium – a solution X-ray diffraction and computational study , PHYS CHEM CHEM PHYS 16: (9) 4023-4032, 2014 *	folyóiratcikk	4.198
35.	Z. Csentes, G. Varga, H. Schmehl, Z. Tímár, S. Carlson, S. E. Canton, É. G. Bajnóczi, D. Sebők, I. Dékány, G. Elek, P. Sipos, I. Pálkó: Superoxide dismutase inspired immobilised Ni(II)-protected amino acid catalysts – synthesis, characterisation, and catalytic activity , JOURNAL OF MOLECULAR CATALYSIS A-CHEMICAL (ISSN: 1381-1169) 395: pp. 93-99., 2014	folyóiratcikk	3.679
36.	Zs. Ferencz, M. Ádok-Sipiczki, I. Hannus, P. Sipos, I. Pálkó: Structural features of intercalated CaFe-layered double hydroxides studied by X-ray diffractometry, infrared spectroscopy and computations , JOURNAL OF MOLECULAR STRUCTURE (ISSN: 0022-2860), 2014	folyóiratcikk	1.599
37.	G. Varga, Z. Tímár, H. Schemehl, Z. Csentes, É. G. Bajnóczi, S. Carlson, P. Sipos, I. Pálkó: Bioinspired covalently grafted Cu(II)-C-protected amino acid complexes - selective catalysts in the epoxidation of cyclohexene , REACTION KINETICS MECHANISMS AND CATALYSIS (ISSN: 1878-5190) (eISSN: 1878-5204) (közlésre elfogadva), 2015	folyóiratcikk	0.983